

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-110351

(43)Date of publication of application : 23.04.1990

(51)Int.Cl.

G01N 21/73

(21)Application number : 63-264878

(71)Applicant : OKI ELECTRIC IND CO LTD  
MIYAZAKI OKI ELECTRIC CO LTD

(22)Date of filing : 20.10.1988

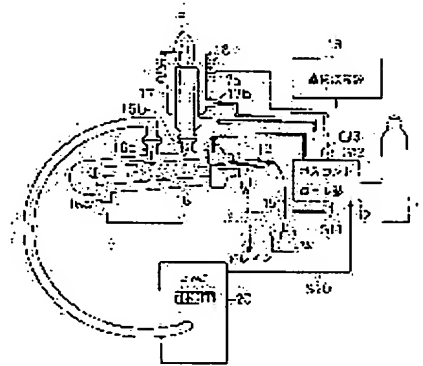
(72)Inventor : TSURUGIDA YOSHIROU

## (54) INTRODUCING AND MONITORING METHOD OF SAMPLE IN I.C.P EMISSION SPECTRAL ANALYZING DEVICE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To realize highly accurate analysis irrespective of the viscosity of a sample by introducing said nebulized sample in a chamber to a condensing core measuring device, monitoring the number of nebulized drops by said condensing core measuring device and adjusting the flow of a carrier gas to a nebulizer by a gas control unit.

**CONSTITUTION:** In a high frequency induction coupling plasma (I.C.P) emission spectral analyzer for analyzing elements composing a sample which emits light in plasma of an inert gas such as argon gas, a condensing core measuring device 20 is connected to a supply port 16c of a chamber 16. The measuring device 20 counts the number of nebulized drops of a nebulized sample and feeds the counting value to a gas control unit 12 as a signal S20. For example, a nebulized drop having a particle size not smaller than  $0.05\mu\text{m}$  is made to grow by diethylene glycol and, the number of the drops is counted by a laser diffraction light. Accordingly, the introducing amount of the nebulized sample to a torch 17 can be made constant.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-110351

⑮ Int. Cl.<sup>3</sup>  
G 01 N 21/73

識別記号

庁内整理番号  
7458-2G

⑭ 公開 平成2年(1990)4月23日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑬ 発明の名称 I. C. P. 発光分光分析装置における試料導入モニター方法

⑯ 特 願 昭63-264878

⑰ 出 願 昭63(1988)10月20日

⑱ 発 明 者 釧 田 芳 郎 宮崎県宮崎郡清武町大字木原272番地 宮崎沖電気株式会社内  
⑲ 出 願 人 沖電気工業株式会社 東京都港区虎ノ門1丁目7番12号  
⑲ 出 願 人 宮崎沖電気株式会社 宮崎県宮崎郡清武町大字木原272番地  
⑳ 代 理 人 弁理士 柿本 恭成

明 細 書

1. 発明の名称

I. C. P. 発光分光分析装置における試料導入モニター方法

2. 特許請求の範囲

キャリアガス及びプラズマガスの供給量を調節するガスコントロール部と、前記ガスコントロール部より供給されるキャリアガスによって液体試料を霧化するネブライザと、前記ネブライザより噴出された霧化試料中より粒径の大きな霧滴を除去するチャンバと、磁場を発生させて前記ガスコントロール部より供給されるプラズマガスからプラズマを生成し、前記チャンバから供給される霧化試料を該プラズマ中へ導入するトーチと、前記プラズマ内で発生した試料中の元素の光を分光して目的元素の光のみを選択的に取出すための分光器とを備えた I. C. P. 発光分光分析装置において、

霧滴数を計数する凝縮核測定装置を前記チャンバに接続し、そのチャンバから供給される霧化試

料の霧滴数を該凝縮核測定装置で計数し、その計数値に応じて前記ガスコントロール部から供給されるキャリアガスの流量を調整することの特徴とする I. C. P. 発光分光分析装置における試料導入モニター方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、アルゴンガス等の不活性ガスのプラズマ中で発光する試料構成元素を分析するための I. C. P. (Inductively Coupled Plasma、高周波誘導結合プラズマ) 発光分光分析装置における試料導入モニター方法に関するものである。

(従来の技術)

従来、この種の I. C. P. 発光分光分析装置としては、例えばブランド名「SEIKO」製、SPS1200A型装置があり、その構成図を第2図に示す。

この I. C. P. 発光分光分析装置は、アルゴンガスからなるキャリアガス1を導入して流量調節されたキャリアガスG1、プラズマガスG2及

## 特開平2-110351(2)

び補助ガスG3等を供給するガスコントロール部2を備えている。キャリアガスG1はネブライザ3に供給されると共に、液体の試料4が細管5を通してそのネブライザ3に供給される。ネブライザ3の噴出口側には、ドレイン口6a及び供給口6bを有するチャンバ6が接続され、その供給口6bに、トーチ7が接続されている。トーチ7はプラズマガスG2の導入口7a及び補助ガスG3の導入口7bを有している。トーチ7の外周にはコイル8が装着され、そのコイル8が高周波電源9に接続されている。

以上の構成において、プラズマ炎Fの中に導入される試料4は、細管5を通してネブライザ3に供給される。ネブライザ3に供給された試料4は、キャリアガスG1により霧状になってチャンバ6の中へ吹き出される。チャンバ6内の霧化試料のうち、粒径の大きな霧滴はドレイン口6aよりドレインとして排出され、粒径の微小な霧滴のみが供給口6bを通してトーチ7のプラズマ炎Fの中に導入される。プラズマ炎Fの中に導入された

霧化試料は、プラズマ炎Fのエネルギーにより励起されて自ら発光する。試料4中の元素はそれぞれ特有の発光スペクトルを持っているため、その発光スペクトルを分光器で分光することにより、試料4中の元素の種類、及びその含有量を計測できる。

このI.C.P.発光分光分析装置では、ネブライザ3により、「霧吹き」と同じ原理で液体試料4を霧化し、プラズマ炎F中へ導入している。ネブライザ3は、高周波誘導結合プラズマ(I.C.P.)による分析の要であり、細かく、かつ均一な霧を発生することが、測定の精度や安定性に対して必要なことになる。もし、霧の発生状態が変動すると、プラズマ炎F中へ導入される霧化試料の量に変化が生じて測定値が変動する。そこで、ガスコントロール部2により、予め設定された値に基づき、キャリアガスG1の圧力を調節して霧の発生量を一定値に保持している。

従って、この種の装置を用いた試料分析方法では、分析元素を自由に選択できること、高感度分

析線、低感度分析線を自由に使い分けできるので試料4の希釈の手間が省けること、分光器の使用により高精度の分析が可能になること、等の利点を有している。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、上記構成の装置を用いた試料分析方法では、トーチ7への霧化試料の導入量をモニター(監視)する手段が設けられていないため、ネブライザ3で試料4を霧状にする際、試料4の粘性により、霧滴の粒径が異なり、プラズマ炎F中に導入される霧化試料の量に変化する。そのため、発光スペクトル量に差が生じ、正確な分析ができないという問題があり、それを解決することが困難であった。

本発明は前記従来技術が持っていた課題として、液体試料の粘性により、発光スペクトル量に差が生じて分析精度が低下するという点について解決したI.C.P.発光分光分析装置における試料導入モニター方法を提供するものである。

(課題を解決するための手段)

本発明は前記課題を解決するために、ガスコントロール部、ネブライザ、チャンバ、トーチ、及び分光器を備えたI.C.P.発光分光分析装置において、霧滴数を計数する凝縮核測定装置を前記チャンバに接続し、そのチャンバから供給される霧化試料の霧滴数を該凝縮核測定装置で計数し、その計数値に応じて前記ガスコントロール部から供給されるキャリアガスの流量を調整するようにしたものである。

(作用)

本発明によれば、凝縮核測定装置により霧滴数を計数することにより、試料の噴霧状態がモニターされる。そのモニター結果をガスコントロール部にフィードバックすることは、ガスコントロール部でのキャリアガスの供給量の調整を可能にさせ、試料の粘性に関係なく、トーチへの霧化試料の導入量を一定にさせる働きがある。従って、前記課題を解決できるのである。

(実施例)

第1図は本発明の実施例を説明するためのI.

## 特開平2-110351(3)

C. P. 発光分光分析装置の構成図である。

このI. C. P. 発光分光分析装置は、プラズマに供給するためのアルゴンガス等の不活性ガスからなるキャリアーガス11の流量を調節するガスコントロール部12を有している。このガスコントロール部12は、信号S20に基づきキャリアーガスG11の流量及び圧力を調節する機能を有すると共に、プラズマガスG12及び補助ガスG13を調節する機能等を有している。キャリアーガスG11はネブライザ13に供給されると共に、硫酸( $H_2SO_4$ )、リン酸( $H_3PO_4$ )等の液体の試料14が細管15を通してそのネブライザ13に供給される。ネブライザ13は、「霧吹き」と同じ原理により、キャリアーガスG11の高速流による負圧で液体の試料14を霧化するもので、その噴出口側がチャンバ16に接続されている。

チャンバ16は、霧化試料を効率よくプラズマ炎Fへ送るためのバッファとしての機能を持ち、ドレイン口16a、及び供給口16b、16cを

具えている。供給口16bにはトーチ17が接続されている。トーチ17は、プラズマガスG12と補助ガスG13の導入口17a、17bを有し、プラズマガスG12によりプラズマを生成し、そのプラズマを補助ガスG13で浮き上がらせ、チャンバ16からの霧化試料をプラズマの中心部へ導入する機能を有している。トーチ17の外周には、磁場発生用のコイル18が装着され、そのコイル18が高周波電源19に接続されている。

また、チャンバ16の供給口16cには、凝縮核測定装置20が接続されている。凝縮核測定装置20は、霧化試料の霧滴数を計数してその計数値を信号S20の形でガスコントロール部12へ供給する装置であり、例えば粒径0.05 $\mu$ 以上の霧滴をジエチレングリコールで霧滴そのものを成長させ、霧滴数をレーザ散乱光で計数する構造になっている。

次に、以上の構成のI. C. P. 発光分光分析装置を用いた試料導入モニター方法について説明する。

ガスコントロール部12から、キャリアーガスG11がネブライザ13へ供給されると共に、プラズマガスG12及び補助ガスG13がトーチ17へ供給されると、ネブライザ13では、キャリアーガスG11により、液体の試料14を細管15を通して吸引し、その試料14を霧化してチャンバ16内へ噴出する。チャンバ16内に吹き出された霧化試料のうち、比較的粒径の大きな霧滴はチャンバ16内壁に付着し、ドレイン口16a側へ水滴、つまりドレインとなって流れ出るが、一部の微小粒径の霧滴は供給口16b、16cを通してトーチ17及び凝縮核測定装置20側へ供給される。

トーチ17では、高周波電源19から供給される高周波電力により、コイル18に高周波電流が流れて磁場が発生するので、導入口17aから導入されたプラズマガスG12によってプラズマが生成され、導入口17bから導入された補助ガスG13により、内部のプラズマが浮き上がってプラズマ炎Fとなる。そして、チャンバ16の供給

口16bからトーチ17に入った霧化試料は、プラズマ炎F中に導入される。プラズマ炎F中に導入された試料14中に含まれる金属元素は、プラズマ炎Fのエネルギーを受取り、基底状態から励起状態へと変化して特有の発光スペクトルで発光する。この発光スペクトルは各元素ごとに異なるので、これらの発光スペクトルを図示しない分光器で分光すれば、試料14に含まれる元素の種類とその量を計測できる。

ここで、凝縮核測定装置20は、チャンバ16の供給口16cから供給される霧化試料のうち、例えば粒径0.05 $\mu$ 以上の霧滴数を計数する。粘性の大きい試料(例えば、 $H_2SO_4$ 、 $H_3PO_4$ 等)の霧滴は、その粒径が大きくなり、計数値が少くなるが、粘性の小さい試料の霧滴は、粒径が非常に小さくなるため、計数値が多くなる。これらの計数値を信号S20の形でガスコントロール部12に送ると、ガスコントロール部12では、信号S20に基づき、ネブライザ13へ供給するキャリアーガスG11の流量及び圧力を調節

## 特開平2-110351(4)

し、凝縮核測定装置20における計数値が一定値となるように、つまり計数値が試料と標準液とで一定の値を示すように制御する。そのため、プラズマ炎F中に導入される霧化試料の霧滴数は一定となり、試料14の粘性で分析値が変動するということがなくなり、精度の高い分析が可能となる。

なお、本発明は図示の実施例に限定されず、例えばチャンバ16の形状や構造、あるいは供給口16b、16cの形成位置を変形する等して、I. C. P. 発光分光分析装置の構成要素を他の形状や構造に変化したり、あるいは他の要素を付加して装置の性能を向上させるようにしてもよい。

(発明の効果)

以上詳細に説明したように、本発明によれば、チャンバ内の霧化試料を凝縮核測定装置に導入し、その凝縮核測定装置で霧滴数をモニターして、ガスコントロール部によってネブライザへのキャリアーガスの流量を調整するようにしたので、チャンバ内の霧滴数を一定値に保持でき、それによってプラズマ中に導入される霧滴数が一定となって、

試料の粘性に関係なく、高精度な分析が行える。

## 4. 図面の簡単な説明

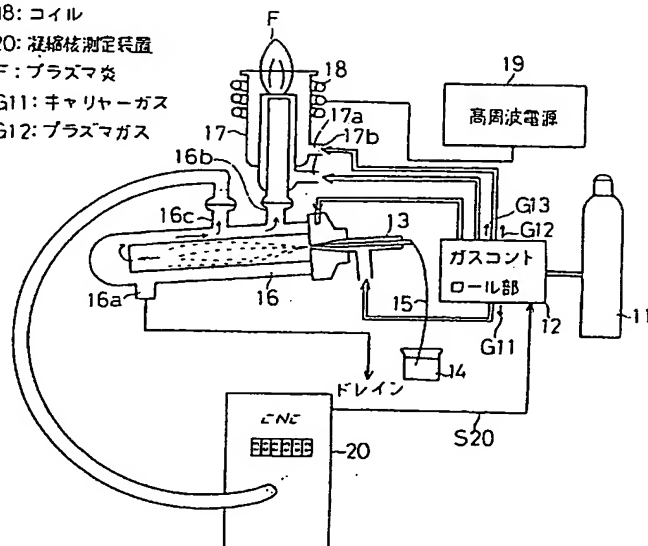
第1図は本発明の実施例を説明するためのI. C. P. 発光分光分析装置の構成図、第2図は従来のI. C. P. 発光分光分析装置の構成図である。

11……キャリアーガス、12……ガスコントロール部、13……ネブライザ、14……試料、16……チャンバ、16a……ドレイン口、16b、16c……供給口、17……トーチ、18……コイル、19……高周波電源、20……凝縮核測定装置、F……プラズマ炎、G11……キャリアーガス、G12……プラズマガス。

出願人 沖電気工業株式会社(ほか1名)

代理人 柿 本 恭 成

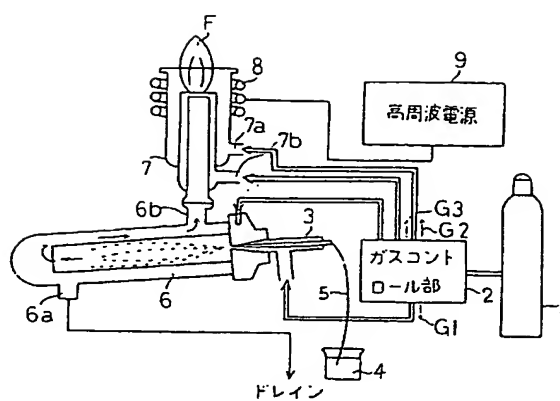
- |               |              |
|---------------|--------------|
| 11: キャリヤーガス   | 17: トーチ      |
| 13: ネブライザ     | 18: コイル      |
| 14: 試料        | 20: 凝縮核測定装置  |
| 16: チャンバ      | F: プラズマ炎     |
| 16a: ドレイン口    | G11: キャリヤーガス |
| 16b, 16c: 供給口 | G12: プラズマガス  |



本発明の実施例のI. C. P. 発光分光分析装置

第1図

特開平2-110351(5)



従来のL.C.P.発光分光分析装置  
第2図